

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-074111

(43)Date of publication of application : 16.03.1999

(51)Int.Cl.

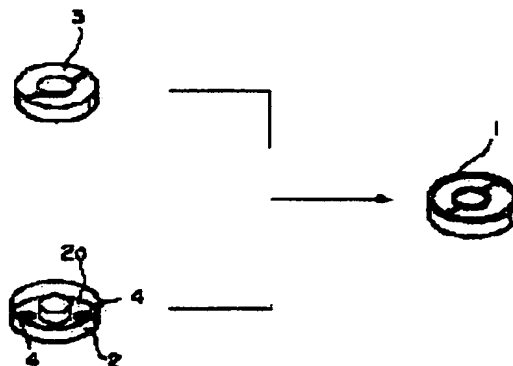
H01F 1/153
B22F 1/00
B22F 3/105
C22C 38/00
C22C 45/02
H01F 27/24(21)Application number : 09-233071 (71)Applicant : ALPS ELECTRIC CO LTD
INOUE AKIHISA(22)Date of filing : 28.08.1997 (72)Inventor : KOSHIBA HISATO
MAKINO TERUHIRO
INOUE AKIHISA

(54) BULK MAGNETIC CORE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a bulk magnetic core whose iron loss is small.

SOLUTION: A bulk magnetic core 1 having a magnetic core body 3 is adopted. The magnetic core body 3 is formed either by sintering a powder of a soft magnetic metallic glass alloy or by charging a liquid of the soft magnetic metallic glass alloy into a predetermined mold and cooling and solidifying the liquid. The soft magnetic metallic glass alloy has a temperature difference ΔT_x of a supercooled liquid, expressed by $\Delta T_x = T_x - T_g$ (where T_x is the crystallization start temperature and T_g is the glass transition temperature) which is 20 K or more, contains at least one or two or more elements selected from among Fe, Co and Ni as the main ingredient(s), and contains B and at least one or two or more elements selected from among Zr, Nb, Ta, Hf, Mo, Ti and V.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 19.02.2002

[Date of sending the examiner's decision
of rejection][Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-74111

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月16日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

H 0 1 F 1/153

H 0 1 F 1/14

C

B 2 2 F 1/00

B 2 2 F 1/00

Y

3/105

C 2 2 C 38/00

3 0 3 S

C 2 2 C 38/00

3 0 3

45/02

A

45/02

B 2 2 F 3/10

N

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平9-233071

(22) 出願日

平成9年(1997) 8月28日

(71) 出願人 000010098

アルプス電気株式会社

東京都大田区雪谷大塚町1番7号

(71) 出願人 591112625

井上 明久

宮城県仙台市青葉区川内元支倉35番地 川

内住宅11-806

(72) 発明者 小柴 寿人

東京都大田区雪谷大塚町1番7号 アルプ
ス電気株式会社内

(74) 代理人 弁理士 志賀 正武 (外12名)

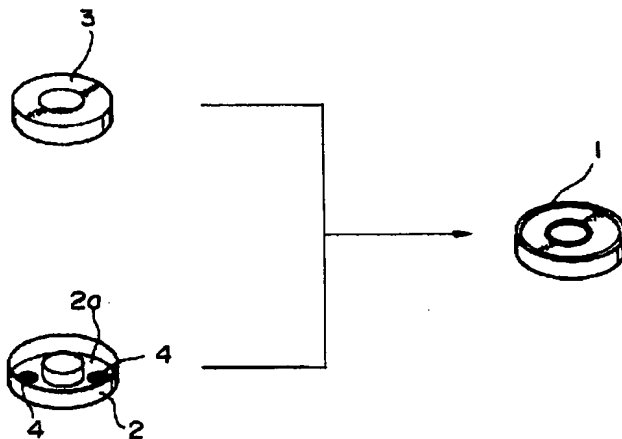
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 バルク磁心

(57) 【要約】

【課題】 コアロスが小さいバルク磁心を提供する。

【解決手段】 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。) の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が 20 K 以上であり、Fe、Co、Ni のうちの1種または2種以上を主成分とし、Zr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、V のうちの1種または2種以上の元素とBを含む軟磁性金属ガラス合金の粉末を焼結してなる磁心本体3、若しくは前記軟磁性金属ガラス合金の溶湯を所定の型に流し込んで冷却固化してなる磁心本体3を備えるバルク磁心1を採用する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 Fe 、 Co 、 Ni のうちの1種または2種以上の元素を主成分とし、 Zr 、 Nb 、 Ta 、 Hf 、 Mo 、 Ti 、 V のうちの1種または2種以上の元素と B を含み、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ （式中、 T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す）の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が20K以上である軟磁性金属ガラス合金の粉末が焼結されてなる磁心本体を備えることを特徴とするバルク磁心。

【請求項2】 請求項1に記載のバルク磁心であって、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金の粉末が、放電プラズマ焼結法により、昇温速度10℃/分以上で昇温して焼結されてなる磁心本体を備えることを特徴とするバルク磁心。

【請求項3】 請求項1に記載の軟磁性金属ガラス合金の溶湯が冷却固化されてなる磁心本体を備えることを特徴とするバルク磁心。

【請求項4】 請求項1～3のいずれかに記載のバルク磁心であって、前記軟磁性金属ガラス合金が、 ΔT_x が60K以上であり、下記の組成で表されるものであることを特徴とするバルク磁心。

$(\text{Fe}_{1-a-b}\text{Co}_a\text{Ni}_b)_{100-x-y}\text{M}_x\text{B}_y$
但し、 $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、5原子% $\leq x \leq 20$ 原子%、10原子% $\leq y \leq 22$ 原子%であり、 M は Zr 、 Nb 、 Ta 、 Hf 、 Mo 、 Ti 、 V のうちの1種または2種以上からなる元素である。

【請求項5】 請求項1～3のいずれかに記載のバルク磁心であって、前記軟磁性金属ガラス合金が、 ΔT_x が60K以上であり、下記の組成で表されるものであることを特徴とするバルク磁心。

$(\text{Fe}_{1-a-b}\text{Co}_a\text{Ni}_b)_{100-x-y-z}\text{M}_x\text{B}_y\text{T}_z$
但し、 $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、5原子% $\leq x \leq 20$ 原子%、10原子% $\leq y \leq 22$ 原子%、0原子% $\leq z \leq 5$ 原子%であり、 M は Zr 、 Nb 、 Ta 、 Hf 、 Mo 、 Ti 、 V のうちの1種または2種以上からなる元素、 T は Cr 、 W 、 Ru 、 Rh 、 Pd 、 Os 、 Ir 、 Pt 、 Al 、 Si 、 Ge 、 C 、 P のうちの1種または2種以上からなる元素である。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、トランス、チョークコイル、磁気センサ等に使用される軟磁性金属ガラス合金を備えたバルク磁心に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、トランスやチョークコイル、磁気センサなどの磁心材料として、50% Ni - Fe パーマロイ磁心や、80% Ni - Fe パーマロイ磁心、ケイ素鋼が用いられてきた。しかし、これらの磁性材料からなる磁心は、特に高周波帯域におけるコアロスが大きく、数10kHz以上の周波数帯域では磁心の温度上昇が激

しく、使用が困難であるという課題があった。

【0003】そこで最近では、コアロスが小さく角形比が高い Co 基アモルファス合金の薄帯、若しくは飽和磁束密度と最大透磁率が高い Fe 基アモルファス合金の薄帯を、トロイダル状に巻回してなる磁心本体や、所定の形状に打ち抜いたものを積層してなる磁心本体を備えた積層磁心が用いられている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】ところで、上述の薄帯を巻回、若しくは積層する際には、薄帯の表面の凹凸のために、隣り合う薄帯の間に3μm程度の隙間が生じる。このようにアモルファス合金の薄帯を積層してなる磁心においては、薄帯間の隙間への漏れ磁束が大きいために、コアロスが大きくなるという課題があった。また、上述の薄帯を粉砕して得た原料粉末を焼結してバルク状に固化形成する方法が開発されているが、焼結の際に原料粉末が結晶化しないように比較的低温で焼結しなければならぬため、高密度の磁心が得られず、コアロスが大きくなってしまいう課題があった。

【0005】本発明は、上記の課題を解決するためになされたものであって、コアロスが小さいバルク磁心を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、本発明は以下の構成を採用した。本発明のバルク磁心は、 Fe 、 Co 、 Ni のうちの1種または2種以上の元素を主成分とし、 Zr 、 Nb 、 Ta 、 Hf 、 Mo 、 Ti 、 V のうちの1種または2種以上の元素と B を含み、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ （式中、 T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す）の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が20K以上である軟磁性金属ガラス合金の粉末が焼結されてなる磁心本体を備えることを特徴とする。また、本発明のバルク磁心は、先に記載のバルク磁心であって、前記軟磁性金属ガラス合金の粉末が、放電プラズマ焼結法により、昇温速度10℃/分以上で昇温して焼結されてなる磁心本体を備えることを特徴とする。更に、本発明において、前記組成に対して Zr または Hf を必ず含み、 ΔT_x が25K以上であることを特徴とするものであっても良い。更にまた、本発明のバルク磁心は、先に記載の軟磁性金属ガラス合金の溶湯が冷却固化されてなる磁心本体を備えることを特徴とする。

【0007】本発明のバルク磁心は、先に記載のバルク磁心であって、前記軟磁性金属ガラス合金が、 ΔT_x が60K以上であり、下記の組成で表されるものであることを特徴とする。

$(\text{Fe}_{1-a-b}\text{Co}_a\text{Ni}_b)_{100-x-y}\text{M}_x\text{B}_y$
但し、 $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、5原子% $\leq x \leq 20$ 原子%、10原子% $\leq y \leq 22$ 原子%であり、 M は Zr 、 Nb 、 Ta 、 Hf 、 Mo 、 Ti 、 V のう

ちの1種または2種以上からなる元素である。また、本発明は、前記 $(Fe_{1-a-b}Co_aNi_b)_{100-x-y}M_xBy$ なる組成式において $0.042 \leq a \leq 0.29$ 、 $0.042 \leq b \leq 0.43$ の関係にされてなることを特徴とするものでも良い。

【0008】また、本発明のバルク磁心は、先に記載のバルク磁心であって、前記軟磁性金属ガラス合金が、 ΔT_x が60K以上であり、下記の組成で表されるものであることを特徴とする。

$(Fe_{1-a-b}Co_aNi_b)_{100-x-y-z}M_xByT_z$

但し、 $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、5原子% $\leq x \leq 20$ 原子%、10原子% $\leq y \leq 22$ 原子%、0原子% $\leq z \leq 5$ 原子%であり、MはZr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、Vのうちの1種または2種以上からなる元素、TはCr、W、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Al、Si、Ge、C、Pのうちの1種または2種以上からなる元素である。また、本発明は、前記 $(Fe_{1-a-b}Co_aNi_b)_{100-x-y-z}M_xByT_z$ なる組成式において $0.042 \leq a \leq 0.29$ 、 $0.042 \leq b \leq 0.43$ の関係にされてなるものでも良い。

【0009】次に、本発明のバルク磁心は、前記元素Mが $(M'_{1-c}M''_c)$ で表され、M'はZrまたはHfのうちの1種または2種であり、M''はNb、Ta、Mo、Ti、Vのうちの1種または2種以上からなる元素であり、 $0 \leq c \leq 0.6$ であることを特徴とするものでも良い。更に、前記軟磁性金属ガラス合金の前記組成において、cが $0.2 \leq c \leq 0.4$ の範囲であることを特徴とするものでも良く、前記cが $0 \leq c \leq 0.2$ の範囲であることを特徴としても良い。更に、本発明のバルク磁心は、前記軟磁性金属ガラス合金の前記組成において、aが $0.042 \leq a \leq 0.25$ 、bが $0.042 \leq b \leq 0.1$ であることを特徴としても良い。本発明のバルク磁心は、前記軟磁性金属ガラス合金に427～627℃で熱処理が施されてなることを特徴とするものでも良い。更に、前記軟磁性金属ガラス合金の前記組成において元素Bの50%以下をCで置換しても良い。

【0010】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面を参照して説明する。本発明に係るバルク磁心は、例えば円環形状で実現される。このような円環形状のバルク磁心は、後述する軟磁性金属ガラス合金の粉末を焼結して成形することにより磁心本体を形成するか、または、軟磁性金属ガラス合金の溶湯を所定の型に流し込み、冷却固化して磁心本体を形成し、これら磁心本体を例えばエポキシ系の樹脂で樹脂被覆するか樹脂ケースに封入して絶縁保護することにより、バルク磁心が得られる。

【0011】また、E1コア型のバルク磁心を実現するためには、軟磁性金属ガラス合金の粉末を焼結して成形することによりE型コアとI型コアとを作成し、それらを接合することで磁心本体を形成する。このような磁心

本体を、例えばエポキシ系の樹脂で必要部分を樹脂被覆するか樹脂ケースに封入して必要部分を絶縁保護することにより、E1コア型のバルク磁心が得られる。

【0012】図1は、円環形状のバルク磁心の一例を示すもので、このバルク磁心1は、樹脂製の中空円環状の磁心本体収納ケース2の内部に、後述する軟磁性金属ガラス合金の粉末を焼結、若しくは、軟磁性金属ガラス合金の溶湯を所定の型に流し込んで冷却固化して得られた磁心本体3が収納されてなる。磁心本体収納ケース2は、例えばポリアセタール樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂等の樹脂を好ましく用いて形成される。また、磁心本体収納ケース2の底面2a上の2カ所には、磁心本体3と磁心本体収納ケース2とを安定して固定するための接着部材4が塗布されている。接着部材を塗布する位置の数は2～4カ所の範囲とするのが好ましい。接着部材4としては、エポキシ樹脂、シリコンゴム等が用いられる。

【0013】次に、本発明に係るバルク磁心1をプラズマ焼結法によって製造する方法を説明する。図2は本発明に係るバルク磁心1を製造するために用いて好適な放電プラズマ焼結装置の一例の要部を示すもので、この例の放電プラズマ焼結装置は、筒型のダイ11と、このダイ11の内部に挿入される上パンチ12および下パンチ13と、下パンチ13を支え、後述するパルス電流を流す際の一方の電極ともなるパンチ電極14と、上パンチ12を下側に押圧し、パルス電流を流す他方の電極となるパンチ電極15と、上下のパンチ12、13に挟まれた原料粉末16の温度を測定する熱電対17を主体として構成されている。上述の上パンチ12及び下パンチ13のそれぞれが相互に対向する面には、得ようとする磁心本体の形状に対応した型が形成されている。更に、上述の放電プラズマ焼結装置の要部は、図示しないチャンバ内に収納されている。このチャンバは図示略の真空排気装置および雰囲気ガスの供給装置に接続されていて、上下のパンチ12、13の間に充填される原料粉末（粉粒体）16を不活性ガス雰囲気などの所望の雰囲気下に保持できるように構成されている。

【0014】前記構成の放電プラズマ焼結装置を用いてバルク磁心1を製造するには、成型用の原料粉末を用意する。この原料粉末16は、後述する所定組成の軟磁性金属ガラス合金を、溶製してから鑄造法により、あるいは単ロールもしくは双ロールによる急冷法によって、さらには液中紡糸法や溶液抽出法によって、あるいは高圧ガス噴霧法によって、バルク状、リボン状、線状体、粉末等の種々の形状として製造する工程と、粉末状以外のものは粉碎して粉末化する工程により得られる。

【0015】本発明において用いる軟磁性金属ガラス合金は、合金の過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が、20K以上、組成によっては40K以上、さらには50K以上という顕著な温度間隔を有し、これまでの知見から知られ

る他の合金からは全く予期されないものである。しかも、軟磁性についても室温で優れた特性を有しており、これまでの知見に見られない全く新規なものである。

【0016】本発明に係る軟磁性金属ガラス合金の1つは、Fe、Co、Niのうちの1種又は2種以上を主成分とし、これにZr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、Vのうちの1種または2種以上とBを所定量添加した成分系で実現される。本発明に係る軟磁性金属ガラス合金の1つは、一般式においては、

$(\text{Fe}_{1-a-b}\text{Co}_a\text{Ni}_b)_{100-x-y}\text{M}_x\text{B}_y$ で表記することができ、この一般式において、 $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、5原子% $\leq x \leq 20$ 原子%、10原子% $\leq y \leq 22$ 原子%なる関係が好ましく、MはZr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、Vのうちの1種又は2種以上からなる元素である。更に前記の成分系において、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は、結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。) の式で表される過冷却液体領域の温度間隔 ΔT_x が20K以上であることを必要とする。前記の組成系において、ZrまたはHfを必ず含み、 ΔT_x が25K以上であることが好ましい。また、前記の組成系において、 ΔT_x が60K以上であることがより好ましい。更に、前記 $(\text{Fe}_{1-a-b}\text{Co}_a\text{Ni}_b)_{100-x-y}\text{M}_x\text{B}_y$ なる組成式において $0.042 \leq a \leq 0.29$ 、 $0.042 \leq b \leq 0.43$ の関係にされてなることが好ましい。

【0017】次に本発明に係る他の軟磁性金属ガラス合金は、一般式においては、 $(\text{Fe}_{1-a-b}\text{Co}_a\text{Ni}_b)_{100-x-y-z}\text{M}_x\text{B}_y\text{T}_z$ で表記され、この一般式において、 $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、5原子% $\leq x \leq 20$ 原子%、10原子% $\leq y \leq 22$ 原子%、0原子% $\leq z \leq 5$ 原子%であり、MはZr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、Vのうちの1種又は2種以上からなる元素、TはCr、W、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Al、Si、Ge、C、Pのうちの1種又は2種以上の元素である。また、本発明は、前記 $(\text{Fe}_{1-a-b}\text{Co}_a\text{Ni}_b)_{100-x-y-z}\text{M}_x\text{B}_y\text{T}_z$ なる組成式において $0.042 \leq a \leq 0.29$ 、 $0.042 \leq b \leq 0.43$ の関係にされてなるものでも良い。

【0018】次に、前記元素Mが $(\text{M}'_{1-c}\text{M}'')_c$ で表され、M'はZrまたはHfの1種または2種であり、M''はNb、Ta、Mo、Ti、Vのうちの1種または2種以上からなる元素であり、 $0 \leq c \leq 0.6$ であることを特徴とするものでも良い。更に、前記組成においてcが $0.2 \leq c \leq 0.4$ の範囲であることを特徴とするものでも良く、前記cが $0 \leq c \leq 0.2$ の範囲であることを特徴としても良い。更に本発明において、 $0.042 \leq a \leq 0.25$ 、 $0.042 \leq b \leq 0.1$ であることを特徴としても良い。本発明において、軟磁性金属ガラス合金に 427°C (700K) $\sim 627^\circ\text{C}$ (900K) で熱処理が施されてなることを特徴とするものでも良い。この範

圍の温度で熱処理がなされたものは、高い透磁率を示す。また、前記の組成において原子Bの50%以下をCで置換しても良い。

【0019】「組成限定理由」本発明組成系において、主成分であるFeとCoとNiは、磁性を担う元素であり、高い飽和磁束密度と優れた軟磁気特性を得るために重要である。具体的には、50K \sim 60Kの ΔT_x を確実に得るためには、Coの組成比を示すaの値を $0 \leq a \leq 0.29$ 、Niの組成比を示すbの値を $0 \leq b \leq 0.43$ の範囲、60K以上の ΔT_x を確実に得るためには、Coの組成比を示すaの値を $0.042 \leq a \leq 0.29$ 、Niの組成比を示すbの値を $0.042 \leq b \leq 0.43$ の範囲とすることが好ましい。また、前記の範囲内において、良好な軟磁気特性を得るためには、Coの組成比を示すaの値を $0.042 \leq a \leq 0.25$ の範囲とすることが好ましく、高い飽和磁束密度を得るためには、Niの組成比を示すbの値を $0.042 \leq b \leq 0.1$ の範囲とすることがより好ましい。

【0020】MはZr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、Vのうちの1種又は2種以上からなる元素である。これらはアモルファスを生成させるために有効な元素であり、5原子%以上、20原子%以下の範囲であると良い。更に、高い磁気特性を得るためには、より好ましくは5原子%以上、15原子%以下にすると良い。これら元素Mのうち、特にZrが有効である。Zrは、その一部をNb等の元素と置換することができるが、置換する場合の組成比cは、 $0 \leq c \leq 0.6$ の範囲であると、高い ΔT_x を得ることができるが、特に ΔT_x を80以上とするには $0.2 \leq c \leq 0.4$ の範囲が好ましい。

【0021】Bは、高いアモルファス形成能があり、本発明では10原子%以上、22原子%以下の範囲で添加する。Bが10原子%未満であると、 ΔT_x が消滅し、高密度な磁心本体3が得られなくなるので好ましくなく、22原子%よりも大きくなると脆くなるために好ましくない。より高いアモルファス形成能と良好な磁気特性を得るためには、16原子%以上、20原子%以下とすることがより好ましい。

【0022】前記の組成系に更に、Tで示される、Cr、W、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Al、Si、Ge、C、Pのうちの1種又は2種以上の元素を添加することもできる。本発明ではこれらの元素を0原子%以上、5原子%以下の範囲で添加することができる。これらの元素は主に耐食性を向上させる目的で添加するもので、この範囲を外れると、軟磁気特性が低下する。また、この範囲を外れるとアモルファス形成能が劣化するために好ましくない。

【0023】本発明で用いられる前記の組成の軟磁性金属ガラス合金は、室温において磁性を有し、また、熱処理により、より良好な磁性を示すものである。なお、軟磁性金属ガラス合金の製造方法について付言すると、合

金の組成、そして製造のための手段と製品の大きさ、形状等によって、好適な冷却速度が決まるが、通常は $10^2 \sim 10^6 \text{ K/s}$ 程度の範囲を目安とすることができる。

【0024】次に、前記組成の原料粉末16を用意したならばこれを図2に示す放電プラズマ焼結装置の上下のパンチ12、13の間に投入し、チャンバの内部を真空引きするとともに、パンチ12、13で上下から圧力を加えて成形すると同時に、例えば図3に示すようなパルス電流を原料粉末に印加して加熱し、所望の形状の磁心本体3に形成する。この放電プラズマ焼結処理においては、通電電流により原料粉末16を所定の速度で素早く昇温することができ、また、通電電流の値に応じて原料粉末16の温度を厳格に管理できるので、ヒータによる加熱などよりも遥かに正確に温度管理ができ、これにより予め設計した通りの理想に近い条件で焼結ができる。

【0025】本発明において、焼結温度は、原料粉末16を固化成形するために 300°C 以上とすることが必要であるが、原料粉末16として用いられる軟磁性金属ガラス合金は、大きな過冷却液体の温度間隔 ΔT_x ($T_x - T_g$) を有しているので、この温度領域で加圧焼結することによって、高密度の磁心本体3を好ましく得ることができる。ただし、焼結温度が結晶化開始温度に近いと、結晶核の生成開始（相造的短範囲秩序化）や結晶析出開始による磁気異方性を生じるので軟磁性特性が劣化するおそれがある。また、放電プラズマ焼結装置の機構上、モニターされる焼結温度はダイ11に設置されている熱電対17の温度であるため、原料粉末16にかかる温度よりも低い温度である。したがって、本発明における焼結温度は、結晶化開始温度を T_x 、焼結温度を T とした場合、好ましくは $T \leq T_x$ の範囲とされる。

【0026】本発明において、焼結を行う際の昇温速度は、ゆっくりとした昇温速度では結晶相が生成するため、 $10^\circ\text{C}/\text{分}$ 以上とするのが好ましい。また焼結の際の圧力については、加圧力が低すぎると磁心本体を形成できないため、 3 t/cm^2 以上とするのが好ましい。さらに、得られた磁心本体3に熱処理を施してもよく、これにより磁気特性を高めることができる。このときの熱処理温度はキュリー温度以上であり、かつ磁気特性を劣化させる結晶が析出する温度以下とされ、具体的には $427 \sim 627^\circ\text{C}$ の範囲が好ましく、より好ましくは $477 \sim 527^\circ\text{C}$ とされる。

【0027】このようにして得られた磁心本体3は、原料粉末16として用いられた軟磁性金属ガラス合金と同じ組成を有するものであるから、室温で優れた軟磁性特性を有し、また熱処理により、より良好な磁性を示すものである。このため、この磁心本体3からなるバルク磁心1は、優れたSoft magnetic特性（軟磁気特性）を有するので、トランスの磁心、チョークコイルの磁心、更には、磁気センサの磁心等に広く適用することができ、従来材に比べて優れた特性の磁心を得ることができる。

【0028】尚、上記説明では、軟磁性金属ガラス合金からなる原料粉末16を放電プラズマ焼結により成形する方法を用いたが、これに限らず、押し出し法などの方法により加圧焼結することによってもバルク状の磁心本体3を得ることができる。

【0029】更に、本発明のバルク磁心1は、前記軟磁性金属ガラス合金の溶湯を、所定の型に流し込み、冷却固化することによって得られた磁心本体3を備えることによっても得ることができる。軟磁性金属ガラス合金の溶湯は、Fe、Co、Ni、Zrの単体純金属と、純ボロン結晶等を原料としてそれぞれ所定量秤量した後、減圧Ar雰囲気下においてこれらの原料を例えば高周波誘導加熱装置、アーク炉、るつぼ炉、反射炉等によって溶解することにより得られる。次に、得られた合金溶湯を、所定の形状の型に流し込んで徐冷して固化することにより、所望の形状の磁心本体3が得られる。このようにして得られた磁心本体3は、合金粉末を焼結して得られた磁心本体と同様に、高い密度と優れた軟磁気特性を有するので、トランス、チョークコイル、磁気センサ等の磁心として用いることができる。

【0030】上述のバルク磁心1は、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ （ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。）の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が 20 K 以上である軟磁性金属ガラス合金の粉末が、プラズマ焼結法によって焼結されることにより、密度の高いバルク状の磁心本体3を得ることができるので、コアロスを小さくすることができる。また、上述のバルク磁心1においては、焼結温度が、結晶化開始温度を T_x 、焼結温度を T とした場合に $T \leq T_x$ の関係を満足する温度範囲の中で任意に選ばれ、原料である軟磁性金属ガラス合金と同じ組成を有し、高い飽和磁束密度を有し、優れた透磁率を有する磁心本体3を得ることができるので、コアロスを小さくすることができる。更に、焼結して成形された磁心本体3を熱処理することにより、更に高い飽和磁束密度と、優れた透磁率を発揮させることができる。

【0031】また、上述のバルク磁心1においては、プラズマ焼結法のみならず、合金溶湯を冷却固化するいわゆる鑄造法によっても磁心本体3が得られるので、バルク磁心1の製造コストを低くすることができる。

【0032】また、本発明の軟磁性金属ガラス合金は、Fe、Co、Niのうちの1種または2種以上の元素を主成分とし、Zr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、Vのうちの1種または2種以上の元素とBを含み、過冷却液体の温度間隔 ΔT_x を大きくすることができるので、合金粉末を焼結する際に焼結温度を高くすることが可能となり、より高密度の磁心本体3が得られるので、バルク磁心1のコアロスを小さくすることができる。

【0033】また、本発明のバルク磁心1は、 ΔT_x が 60 K 以上であり、その組成が以下の一般式で表される

ものであり、透磁率に優れ、保磁力が小さく、軟磁気特性に優れた軟磁性金属ガラス合金からなる磁心本体3を備えているので、コアロス小さくすることができる。

(Fe_{1-a-b}Co_aNi_b)_{100-x-y}M_xBy

但し、 $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、5原子% $\leq x \leq 20$ 原子%、10原子% $\leq y \leq 22$ 原子%であり、MはZr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、Vのうちの1種または2種以上からなる元素である。または、

(Fe_{1-a-b}Co_aNi_b)_{100-x-y-z}M_xByT_z

但し、 $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、5原子% $\leq x \leq 20$ 原子%、10原子% $\leq y \leq 22$ 原子%、0原子% $\leq z \leq 5$ 原子%であり、MはZr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、Vのうちの1種または2種以上からなる元素、TはCr、W、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Al、Si、Ge、C、Pのうちの1種または2種以上からなる元素である。

【0034】

【実施例】

（実施例1）FeとCoとNiとZrの単体純金属と純ボロン結晶をArガス雰囲気中において混合しアーク溶解して母合金を製造した。次に、この母合金を石英ノズルで溶解し、アルゴンガス雰囲気中において40m/sで回転している銅ロールにノズル下端の0.4mm径の穴から射出圧力 0.39×10^5 Paで吹き出して急冷する単ロール法を実施することにより、幅0.4~1mm、厚さ13~22μmの金属ガラス合金薄帯の試料を製造した。得られた試料は、示差走査熱量測定(DSC)により分析した。

【0035】図4には、各々Fe₆₀Co₃Ni₇Zr₁₀B₂₀、Fe₅₆Co₇Ni₇Zr₁₀B₂₀、Fe₄₉Co₁₄Ni₇Zr₁₀B₂₀、Fe₄₆Co₁₇Ni₇Zr₁₀B₂₀なる組成の金属ガラス合金薄帯試料のDSC曲線を示す。これらのいずれの試料においても、温度を上昇させてゆくことで広い過冷却液体領域が存在することを確認でき、その過冷却液体領域を超えて加熱することで結晶化することが明らかになった。過冷却液体領域の温度間隔ΔTxは、 $\Delta Tx = T_x - T_g$ の式で表されるが、図4に示すTx-Tgの値はいずれの試料でも60Kを超え、64~68Kの範囲になっている。過冷却液体領域を示す実質的な平衡状態は、発熱ピークによる結晶化を示す温度より少し低い596℃(869K)~632℃(905K)の広い範囲で得られた。

【0036】図5は(Fe_{1-a-b}Co_aNi_b)₇₀Zr₁₀B₂₀なる組成系におけるΔTx(=Tx-Tg)の値に対するFeとCoとNiのそれぞれの含有量依存性を示す三角組成図である。図5に示す結果から明らかなように、(Fe_{1-a-b}Co_aNi_b)₇₀Zr₁₀B₂₀なる組成系の全ての範囲においてΔTxの値は25Kを超えている。また、Tgの値に関し、Coを7原子%程度から50原子%程度の範囲で増加させることでTgが単調に増

加することも明らかになった。一方、ΔTxに関し、図5に示すようにFeを多く含む組成系において大きな値になっていることがわかり、ΔTxを60K以上にするには、Co含有量を3原子%以上、20原子%以下、Ni含有量を3原子%以上、30原子%以下にすることが好ましいことがわかる。なお、(Fe_{1-a-b}Co_aNi_b)₇₀Zr₁₀B₂₀なる組成式においてCo含有量を3原子%以上にするには、(Fe_{1-a-b}Co_aNi_b)を70原子%とするので、Coの組成比aが0.042以上、Co含有量を20原子%以下にするには、Coの組成比aが0.29以下となる。また、同様にNi含有量を3原子%以上にするにはNiの組成比bが0.042以上、30原子%以下にするには、Niの組成比bが0.43以下となる。

【0037】（実施例2）FeとCoとNiとZrとNbの単体純金属と純ボロン結晶をArガス雰囲気中において混合しアーク溶解してFe₅₆Co₇Ni₇Zr₄Nb₆B₂₀なる組成の母合金を製造した。次に、この母合金を石英ノズル中で溶解し、アルゴンガス雰囲気中において回転している銅ロールに合金溶湯を吹き出して急冷する単ロール法を実施することにより、金属ガラス合金薄帯の試料を製造した。このとき、ノズル口径、ノズル先端とロール表面との距離(ギャップ)、ロールの回転数、射出圧力及び雰囲気圧力等を適当に調整することにより、板厚が20~195μmの合金薄帯が得られた。各々の試料について、X線回折により分析を行った。結果を図6に示す。図6から、いずれの試料についても、 $2\theta = 38 \sim 52^\circ$ にハローなパターンを有しており、アモルファス単相組織を有していることがわかる。

【0038】（実施例3）原子組成比が、Fe₅₆Co₇Ni₇Zr_{10-x}Nb_xB₂₀(x=0, 2, 4, 6, 8, 10原子%)であること以外は実施例1と同様にして、金属ガラス合金薄帯の試料を製造した。次に、得られた試料を、527℃(800K)の温度で5分間の熱処理を行った。図7には、作製した試料の飽和磁束密度(Bs)、保磁力(Hc)、1kHzにおける透磁率(μe)、磁歪(λs)のNb含有量依存性を示す。飽和磁束密度(Bs)は、急冷状態および熱処理後の試料ともに、Nbを添加するに従い低下し、Nbを含まない試料が0.9(T)以上、Nbを2原子%含む試料では約0.75(T)であった。透磁率(μe)の値は、急冷状態の試料にあっては、Nbを含まない試料が5031、Nbを2原子%含む試料が2228であり、Nbを10原子%含む試料においては906に低下した。しかし、熱処理を施すことにより透磁率(μe)は格段に向上し、特にNbを2原子%含む試料においては、25000程度の透磁率(μe)を得ることができる。保磁力(Hc)に関し、急冷状態の試料にあっては、Nbを含まない試料とNbを2原子%含む試料はいずれも50A/m(=0.625 Oe)と低い値であった。特にNbが2原子

%以下の試料は、 5 A/m ($=0.0625 \text{ Oe}$) と非常に良好な値を示している。熱処理を施すと、Nb を 4 原子%以上含む試料においても優れた保磁力 (H_c) を得ることが可能となる。以上のように、この系の合金試料にあっては、良好な軟磁気特性を得るためには、Nb は 0 以上、2 原子%以下の範囲がより好ましいことがわかる。従って、飽和磁束密度が大きく、保磁力が小さく、更に透磁率が高い軟磁性金属ガラス合金を備えたバルク磁心を得ることが可能となり、このバルク磁心を用いてトランスを作製した場合には、コアロスが小さく、電力伝達効率に優れたトランスを得ることが可能となる。

【0039】(実施例4) 原子組成比が $\text{Fe}_{56}\text{Co}_{7}\text{Ni}_{7}\text{Zr}_{8}\text{Nb}_{2}\text{B}_{20}$ であること以外は実施例1と同様にして金属ガラス合金の薄帯を得た。次に、得られた薄帯をロータリーミルを用いて大気中で粉碎することで粉末化した。得られた粉末の中で粒径 $53 \sim 105 \mu\text{m}$ のものを選別して後の工程に原料粉末として使用した。約 2 g の前記原料粉末をWC製のダイスの内部にハンドプレスを用いて充填した後、図2に示すダイの内部に装填し、チャンパの内部を $3 \times 10^{-5} \text{ torr}$ の雰囲気中で上下のパンチで加圧するとともに、通電装置から原料粉末にパルス波を通電して加熱した。パルス波形は図3に示すように12パルス流した後で2パルス休止するものとし、最高 $4700 \sim 4800 \text{ A}$ の電流で原料粉末を加熱した。焼結は、試料に 6.5 t/cm^2 の圧力をかけた状態で室温から焼結温度まで試料を加熱させ、約5分間保持することにより焼結を行った。昇温速度は 100°C/min とした。得られた焼結体より、図1に示すような、外径 10 mm 、内径 6 mm 、厚さ 2 mm の中空円筒状の試料をワイヤー放電加工により作製し、磁心本体を得た。この磁心本体を、図1に示すようなポリアセタール樹脂製の中空円環状の磁心本体収納ケースに収納した。このとき、磁心本体収納ケースの底面の2カ所にエポキシ樹脂を塗布して、磁心本体収納ケースと磁心本体とを固定した。このようにして同様な処理を施した3つのバルク磁心を得た。

【0040】本実施例のバルク磁心のコアロスの測定結果を図8に示す。また、比較例としてケイ素鋼板 ($\text{Si} 3.5\%$) を積層して得た磁心の動作磁束密度とコアロスと関係を図8に示す。図8から明らかなように、本実施例及び比較例の磁心は、動作磁束密度の上昇とともにコアロスが増加するが、3つの実施例のバルク磁心は、いずれも比較例の磁心よりも測定した動作磁束密度の範囲内において常にコアロスが小さいことがわかる。

【0041】なお、この発明は、以上の例によって何ら限定されるものではなく、その組成、製造方法、熱処理条件、形状等について様々な態様が可能であることは勿論である。

【0042】

【発明の効果】以上、詳細に説明したように、本発明のバルク磁心1は、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。) の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が 20 K 以上である軟磁性金属ガラス合金の粉末が、プラズマ焼結法によって焼結されることにより、密度の高いバルク状の磁心本体を得ることができるので、コアロスを小さくすることができる。また、本発明のバルク磁心においては、プラズマ焼結法のみならず、合金溶湯を冷却固化するいわゆる鑄造法によっても磁心本体が得られるので、磁心本体の密度を高くしてコアロスを小さくすると共に、バルク磁心の製造コストを低くすることができる。

【0043】また、本発明の軟磁性金属ガラス合金は、Fe、Co、Ni のうちの1種または2種以上の元素を主成分とし、Zr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、V のうちの1種または2種以上の元素とBを含み、過冷却液体の温度間隔 ΔT_x を大きくすることができるので、合金粉末を焼結する際に焼結温度を高くすることが可能となり、より高密度の磁心本体が得られるので、バルク磁心のコアロスを小さくすることができる。また、本発明のバルク磁心は、 ΔT_x が 60 K 以上であり、その組成が以下の一般式で表されるものであり、透磁率に優れ、保磁力が小さく、飽和磁束密度が高く、軟磁気特性に優れた軟磁性金属ガラス合金からなる磁心本体を備えているので、コアロスを小さくすることができる。

$(\text{Fe}_{1-a-b}\text{Co}_a\text{Ni}_b)_{100-x-y}\text{M}_x\text{B}_y$
但し、 $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、5 原子% $\leq x \leq 20$ 原子%、 10 原子% $\leq y \leq 22$ 原子%であり、MはZr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、V のうちの1種または2種以上からなる元素である。または、

$(\text{Fe}_{1-a-b}\text{Co}_a\text{Ni}_b)_{100-x-y-z}\text{M}_x\text{B}_y\text{T}_z$
但し、 $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、5 原子% $\leq x \leq 20$ 原子%、 10 原子% $\leq y \leq 22$ 原子%、 0 原子% $\leq z \leq 5$ 原子%であり、MはZr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、V のうちの1種または2種以上からなる元素、TはCr、W、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Al、Si、Ge、C、P のうちの1種または2種以上からなる元素である。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の実施の形態であるバルク磁心を示す分解図である。

【図2】 本発明の実施の形態であるバルク磁心を製造するために用いる放電プラズマ焼結装置の一例の要部構造を示す断面図である。

【図3】 図2に示す放電プラズマ焼結装置で原料粉末に印加するパルス電流波形の一例を示す図である。

【図4】 $\text{Fe}_{60}\text{Co}_{3}\text{Ni}_{7}\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ 、 $\text{Fe}_{56}\text{Co}_{7}\text{Ni}_{7}\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ 、 $\text{Fe}_{49}\text{Co}_{14}\text{Ni}_{7}\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ 、 $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{17}\text{Ni}_{7}\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ なる各組成の金属ガラス合金薄帯試料のDSC曲線を示す図である。

【図5】 $(\text{Fe}_{1-a-b}\text{Co}_a\text{Ni}_b)_{70}\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ なる組成系における $\Delta T_x (=T_x - T_g)$ の値に対するFeとCoとNiのそれぞれの含有量依存性を示す三角組成図である。

【図6】 $\text{Fe}_{56}\text{Co}_{7}\text{Ni}_{7}\text{Zr}_{4}\text{Nb}_6\text{B}_{20}$ なる組成の急冷薄帯の種々の板厚におけるX線回折パターンを示す図である。

【図7】 $\text{Fe}_{56}\text{Co}_{7}\text{Ni}_{7}\text{Zr}_{10-x}\text{Nb}_x\text{B}_{20}$ ($x=0, 2, 4, 6, 8, 10$ 原子%)なる組成の試料の飽和磁束密度(Bs)、保磁力(Hc)、1kHzにおける透

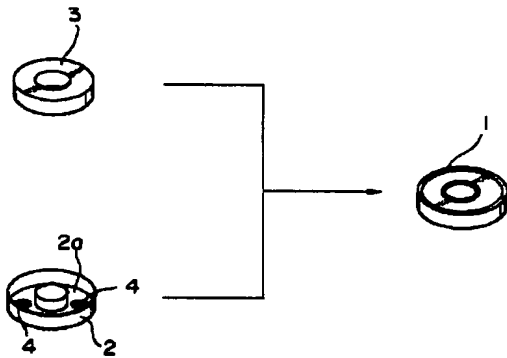
磁率(μ_e)、磁歪(λ_s)のNb含有量依存性を示す図である。

【図8】 $\text{Fe}_{56}\text{Co}_{7}\text{Ni}_{7}\text{Zr}_8\text{Nb}_2\text{B}_{20}$ なる組成の磁心本体から作製したバルク磁心のコアロスを示す図である。

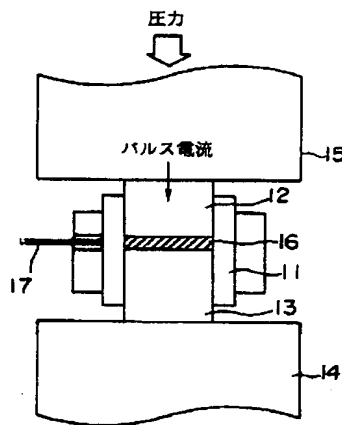
【符号の説明】

- 1 バルク磁心
- 2 磁心本体収納ケース
- 3 磁心本体
- 4 接着部材

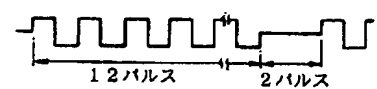
【図1】



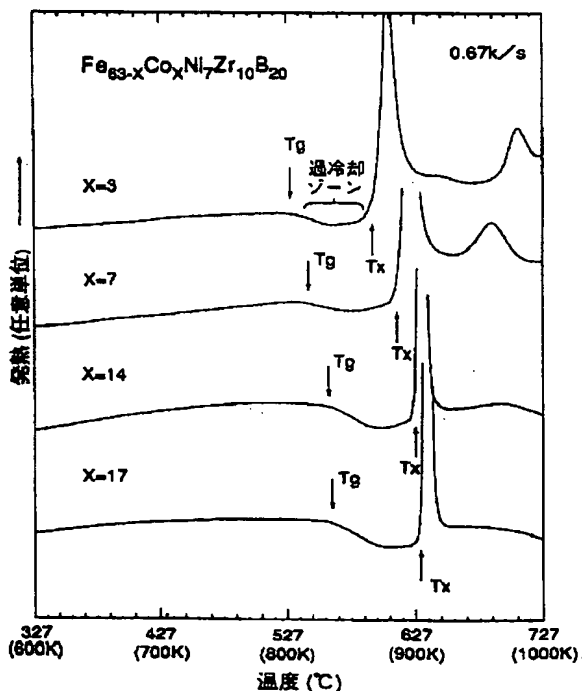
【図2】



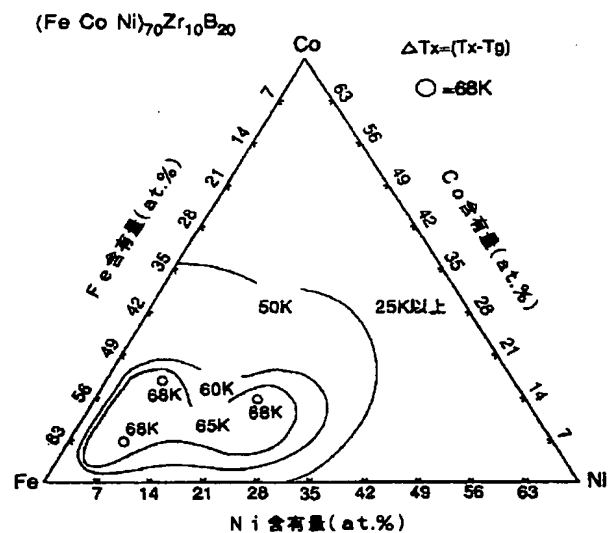
【図3】



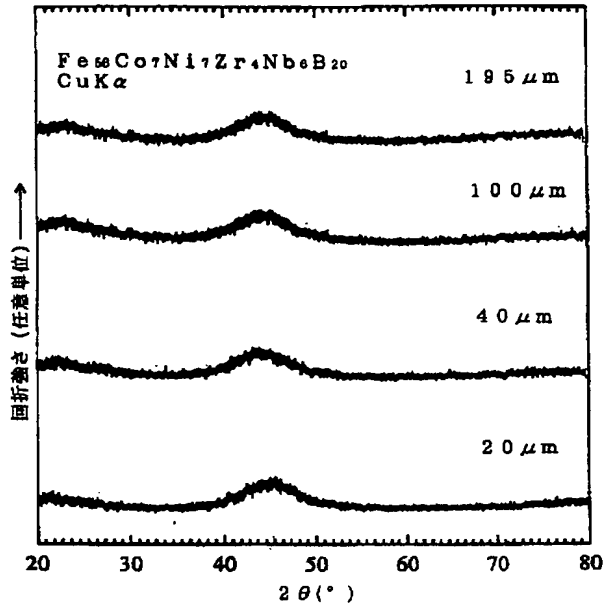
【図4】



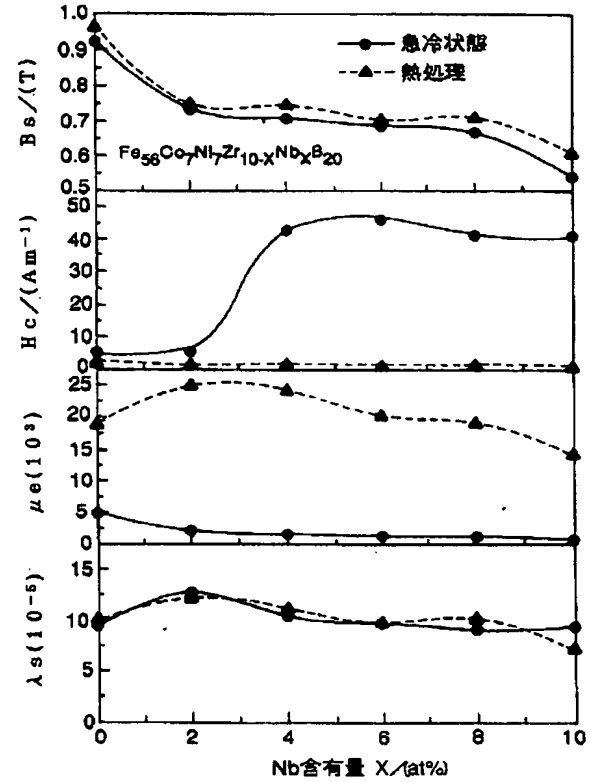
【図5】



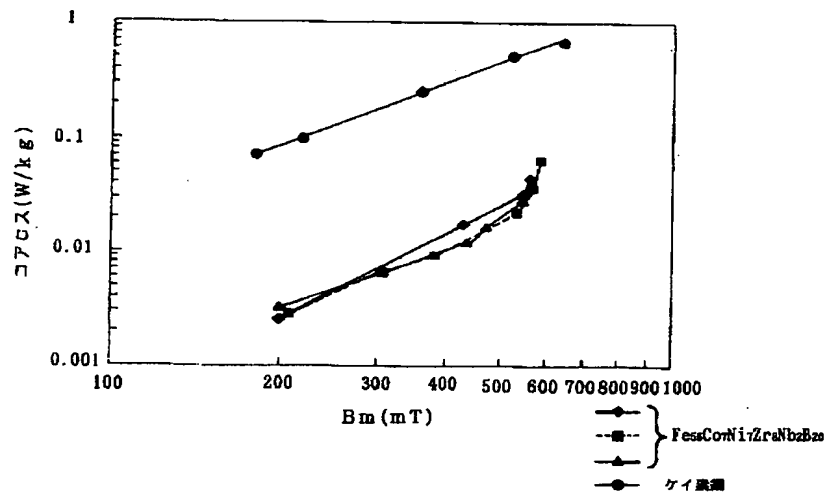
【図6】



【図7】



【図8】



フロントページの続き

(72) 発明者 牧野 彰宏
東京都大田区雪谷大塚町 1 番 7 号 アルプ
ス電気株式会社内

(72) 発明者 井上 明久
宮城県仙台市青葉区川内元支倉 35 番地 川
内住宅 11-806